Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析

アプリケーションノート

食品安全

著者

Limian Zhao、David Schultz and
Joan Stevens
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809-1610
USA

概要

本アプリケーションノートでは、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (高耐久性)、safe (安全)) AOAC サンプル前処理法を使用した、リンゴに残留する GC で分析可能な 17 種類の農薬の抽出とクリーンアップへの応用について説明します。このメソッドには、水/アセトニトリル系での初期抽出、塩類付加後の抽出/分離ステップ、分散固相抽出 (分散 SPE) を使用したクリーンアップステップが伴います。今回はサンプル抽出後、2 種類の分散 SPE クリーンアップ方法 (1 mL または 8 mL の上澄みの採取) を同時に評価しました。リンゴ抽出液に含まれる標的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) を使用しました。その結果、回収率および再現性について、このメソッドの有効性が確認できました。ほとんどの農薬の定量限界 (LOQ: Limit of quantitation) は 10 ng/g ですが、農薬フォルペットの場合、リンゴでの LOQ は 50 ng/g です。サンプリーク QuEChERS キットを使用し、スクリーニング対象のすべての農薬について最大残留基準値 (MRL: Maximum residue limits) より十分低い結果が得られました。回収率の実験は添加レベル、10、50、および 200 ng/g で行い、回収率は 70 ～ 136 % (平均 92.5 %) で、RSD は 15 % 未満 (平均 5.0 %) でした。

Agilent Technologies

はじめに

2003 年、USDA の科学者が、QuEChERS メソッドを初めて農薬分析に導入しました。[1] その後、抽出困難な農薬に対処するために、緩衝剤 (バッファ) を使うことで、このメソッドは改良されました。[2]200 を超える農薬に関する徹底した検証の結果、この改良されたメソッドは AOAC Official Method 2007.01 として承認され採用されました。[3] このメソッドは、アセトニトリル (1 % HAc) 抽出を行った後、無水硫酸マグネシウム ($MgSO_4$) を使用してサンプルから水分を塩析し、液液分配を促進します。その後、脂肪酸と他の成分を除去する一級二級アミン (PSA) と抽出液中の水分を減らす無水硫酸マグネシウムを使用して、分散固相抽出 (分散 SPE) によりクリーンアップします。溶媒を混合し、遠心分離したのち、上澄み液を分析に使用します。

多くの農薬は揮発性または半揮発性で、GC で分析可能な化合物を形成するため、ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) は、長年広く農薬分析に使用されています。以前のアプリケーションノートでは、サンプリーク AOAC バッファ入り抽出キットと AOAC 分散 SPE キットを使用して、LC/MS/MS によるリンゴ中の極性農薬の検出と定量を行いました。[4] 今回の実験では、サンプリーク バッファありAOAC 抽出キット(部品番号 5982-5755) および一般的な果実と野菜用のサンプリーク AOAC 分散 SPE キット (部品番号 5982-5022 および 5982-5058) について、揮発性および半揮発性農薬の抽出に関する性能を評価しました。分析は、GC/MS で実施しました。非極性有機塩素系農薬 (OC)、有機リン酸系農薬 (OP)、および有機窒素系農薬 (ON) などに分類される GC で分析可能な農薬を 17 種類選びました。これらの農薬の MRL (最大残留基準値) は、農薬の分類と食品のマトリックスの関係で決まり、10 ng/g 以上に設定されています。表 1 に、リンゴに含まれるこれらの農薬の化学的情報と規制情報を示します。

実験

試薬および化学薬品類

使用した試薬および溶媒は、すべて HPLC グレードまたは分析グレードのものです。アセトニトリル (ACN) とメタノール (MeOH) は、Honeywell 社 (米国ミシガン州ムスカゴン)、酢酸 (HAc) は、Sigma-Aldrich 社 (米国ミズーリ州セントルイス) のものです。ギ酸 (FA) は、Fluka 社 (ドイツ Sleinheim) のものです。農薬標準試料と内部標準 (リン酸トリフェニル、TPP) は、Sigma-Aldrich 社 (米国ミズーリ州セントルイス)、Chem Service 社 (米国ペンシルバニア州ウェストチェスター)、または Ultra Scientific 社 (米国ロードアイランド州ノースキングストン) から購入しました。

溶液と標準試料

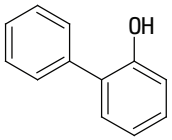
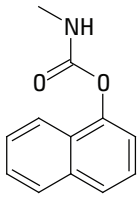
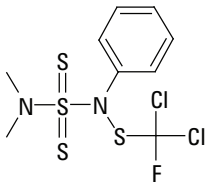
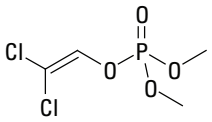
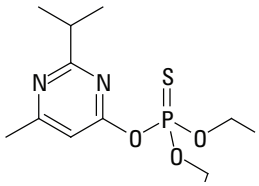
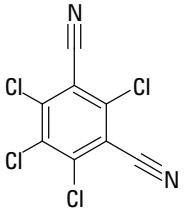
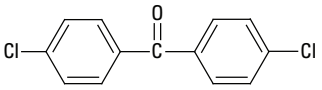
10 mL の酢酸を 1 L の ACN に加えて、ACN 中 1 % 酢酸溶液を準備しました。

標準試料および内部標準 (IS) 原液 (2 mg/mL の 11 種類の農薬) は、それぞれ、メタノール中で作成し、–20 °C で保存しました。市販の 6 種類の農薬の混合物をヘキサンで 20 µg/mL に希釈して、そのまま使用しました。11 種類の農薬の QC スパイク溶液 1.5、7.5 および 30 µg/mL の 3 つを、ギ酸 0.1 % を含む 1:1 の ACN/H_2O で毎日新たに用意し、6 種類の農薬混合物 20 µg/mL を QC スパイクにそのまま使用しました。ACN (ギ酸 0.1 %) 中の 2.5 µg/mL 標準溶液 (17 種類の農薬) を使用して、適度な希釈によって、マトリックスブランク抽出液の検量線を準備しました。1:1 の ACN/H_2O (ギ酸 0.1 %) 中の 15 µg/mL の TPP スパイク溶液を内部スパイク標準 (IS) として使用しました。

装置と薬剤

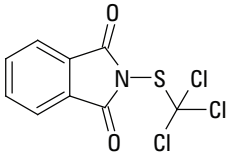
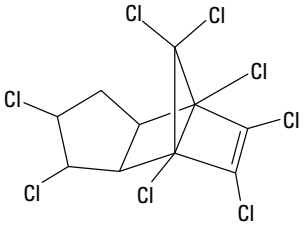
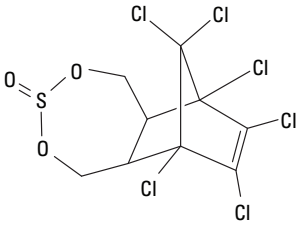
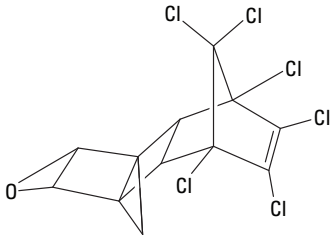
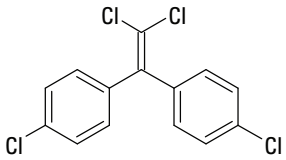
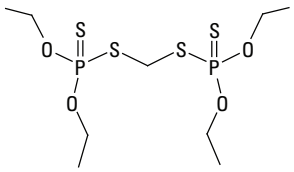
- Agilent ガスクロマトグラフ (Agilent Technologies Inc.)
- Agilent 5975C シリーズ GC/MSD (Agilent Technologies Inc.)
- Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755 (Agilent Technologies Inc.)
- 一般的な果実と野菜用の Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC SPE キット、部品番号 5982-5022 および 5982-5058 (Agilent Technologies Inc.)
- CentraCL3R 遠心分離機 (Thermo IEC 社、米国)
- 溶媒ボトルトップディスペンサ (VWR 社、米国)
- Eppendorf 微量遠心分離機 (Brinkmann Instruments 社、米国)

表 1.　農薬の化学的情報と規制情報 [5-8]

名称	分類	Log P	pKa	構造式	リンゴ中の MRL (ng/g)*
σ-フェニルフェノール	フェノール	3.18	9.4		20
カルバリル	カーバメート	2.36	10.4		50
ジクロフルアニド	サルファミド	3.7	NA		5000
ジクロルボス	有機リン系農薬	1.9	NA		10
ダイアジノン	有機リン系農薬	3.69	2.6		100
クロロタロニル	クロロニトリル	2.94	NA		10
ジクロロベンゾフェノン	有機塩素系農薬	4.44	NA		500

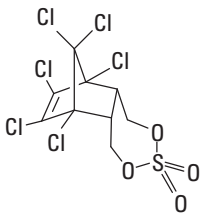
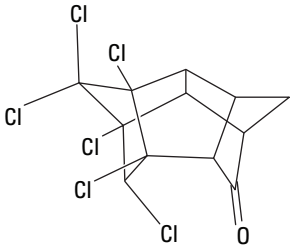
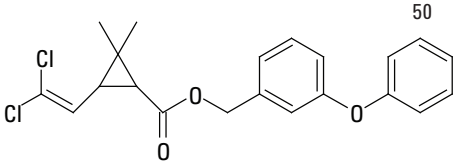
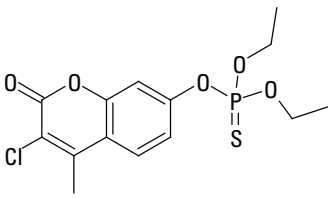
(続く)

表 1.　農薬の化学的情報と規制情報 [5-8]

名称	分類	Log P	pKa	構造式	リンゴ中の MRL (ng/g)*
フォルペット	フタルイミド	3.02	NA		3000
クロルデン	シクロジエン 有機塩素系農薬	2.78	NA		20
エンドスルファン	有機塩素系農薬	3.13	NA		50
ディルドリン	塩化炭化水素	3.7	NA		10
DDE	有機塩素系農薬	6.55	NA		50
エチオン	有機リン系農薬	5.07	NA		300

(続く)

表 1.　農薬の化学的情報と規制情報 [5-8]

名称	分類	Log P	pKa	構造式	リンゴ中の MRL (ng/g)*
硫酸エンドスルファン	有機塩素系農薬	3.13	NA		50
エンドリンケトン	有機塩素系農薬	4.99	NA		10
ペルメスリン	ピレスロイド	6.1	NA		50
クマホス	有機チオリン酸塩	3.86	NA		100

* 表中の MRL の数値は、リンゴの値または他の果実や野菜の最低値です。他の食品では、これより高い場合があります。

機器設定

本実験では、アジレントの農薬分析用 GC/MS メソッドを使用しました。[9]

GC 条件

オートサンプラ:	Agilent 7683 オートサンプラ
注入口:	スプリットレス
カラム:	Agilent 30 m × 0.25 mm × 0.25 µm HP-5ms ウルトライナート (部品番号 19091S-433UI)
キャリアガス:	ヘリウム、コンスタントプレッシャモード
リテンションタイムロッキング:	クロルピリホスメチルを 16.596 分にロック (標準カラムヘッド圧力 = 22.0 psi)
オーブン温度プログラム:	70 °C (2 分) ～ 25 °C/min ～ 150 °C (0 分) ～ 3 °C/min ～ 200 °C (0 分) ～ 8 °C/min ～ 280 °C (11.5 分)
注入量:	1.0 µL

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細は、表 2 を参照してください)
イオンソース、四重極、トランスファライン温度:	それぞれ、230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	3.00 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

サンプル調製

サンプル粉砕

有機栽培された無農薬のリンゴを地元のスーパーで購入しました。約 3 ポンドのリンゴを豆程度の大きさのキューブ状に刻みます。表皮は残し、種子は捨てます。刻んだリンゴは、清潔なビニール袋に入れ、-20 °C で一晩冷凍します。時々、袋を揉んで、キューブ同士がくっつかないようにします。翌日、冷凍したリンゴのキューブを必要な量だけ取り出し、十分に混ぜ合わせます。粉砕中、可能であればドライアイスを追加します。サンプルを十分に粉砕して、できるだけ均一になるようにし、完成したサンプルにはリンゴ片がないことを確認します。

抽出/分離

あらかじめ均質化したサンプル 15 g (± 0.1 g) を (サンプリーク QuEChERS 抽出キットから) 50 mL の遠心分離管に入れます。QC サンプルには、100 µL の適切な QC スパイク溶液 (11 種類の農薬) を添加し、さらに 7.5、37.5、および 150 µL の 20 µg/mL 溶液 (6 種類の農薬混合液) を加え、それぞれ、濃度 10、50、および 200 ng/g の QC サンプルを作成します。100 µL の内部標準溶液 (15 µg/mL の TPP) をブランクを除くすべてのサンプルに加え、各サンプルの濃度を 100 ng/g に調整します。遠心分離管に

表 2.　GC/MS による 17 種類の農薬の分析に使用した取込条件

分析対象物	SIM	データ採取ウィンドウ (分)	リテンションタイム (RT) (分)
(1) ジクロルボス	184.9	3.0 – 6.5	5.8
(2) σ-フェニルフェノール	170.1, 169.1	6.5 – 9.5	8.8
(3) ダイアジノン	137.1, 179.1	13.5 – 14.65	14.5
(4) クロロタロニル	265.9, 263.9	14.65 – 16.0	14.8
(5) カルバリル	144	16.0 – 17.5	16.8
(6) ジクロフルアニド	123, 167.1	17.5 – 18.8	18.4
(7) ジクロロベンゾフェノン	139, 249.9	18.8 – 20.5	19.2
(8) フォルペット	259.9, 261.9	21.35 – 21.8	21.6
(9) γ-クロルデン	372.9, 374.9	21.8 – 22.3	22.0
(10) エンドスルファン	240.8, 238.8	22.3 – 23.2	22.6
(11) ディルドリン	262.8	23.2 – 25.0	23.9
(12) DDE	245.9, 317.9	23.2 – 25.0	24.0
(13) エチオン	230.9	25.0 – 26.4	26.0
(14) 硫酸エンドスルファン	273.8	26.4 – 27.2	26.8
TPP (IS: 内部標準)	325.1, 326.1	27.2 – 28.0	27.7
(15) エンドリンケトン	316.9	28.0 – 28.5	28.2
(16) ペルメスリン	183.1	30.0 – 32.5	31.4, 31.6
(17) クマホス	362.0	30.0 – 32.5	31.7

キャップをし、1 分間攪拌します。ディスペンサを使用して、各遠心分離管にACN 中 1 % の HAc を 15 mL ずつ加えます。6 g の無水硫酸マグネシウムおよび 1.5 g の無水 NaOAc を含む Agilent サンプリーク QuEChERS 抽出キットの塩類パケット (部品番号 5982-5755) を各試験管に直接加えます。あらかじめバッグをよく揉んで、塩類の固まりを砕いておきます。遠心分離管のネジ山やふちに粉末が残っていないことを確認します。試験管に固くキャップを、溶媒とサンプル全体がよく混ざり合い、結晶の固まりが十分に砕けるように、1 分間手で強く振とうします。遠心分離管を 4000 rpm で 5 分間遠心分離します。

分散 SPE クリーンアップ

遠心分離後の上部層 (アセトニトリル層) を 1 mL ずつ Agilent サンプリーク QuEChERS 分散 SPE の 2 mL 試験管 (部品番号 5982-5022) に移します。または、8 mL ずつ Agilent サンプリーク QuEChERS 分散 SPE の 15 mL 試験管 (部品番号 5982-5058) に移します。2 mL の試験管には、50 mg の PSA と 150 mg の無水硫酸マグネシウムが含まれています。また、15 mL の試験管には、400 mg の PSA と 1200 mg の無水硫酸マグネシウムが含まれています。試験管に固くキャップをし、1 分間攪拌します。2 mL の試験管は、微量遠心分離機を使用して、13,000 rpm で 2 分間遠心分離します。 15 mL の試験管は、通常の遠心分離機を使用して、4000 rpm で 5 分間遠心分離します。その後、上澄み 500 µL の抽出液をオートサンプラ用バイアルに移し、GC/MS で分析します。

図 1 に、QuEChERS AOAC サンプル抽出作業のフローチャートを示します。

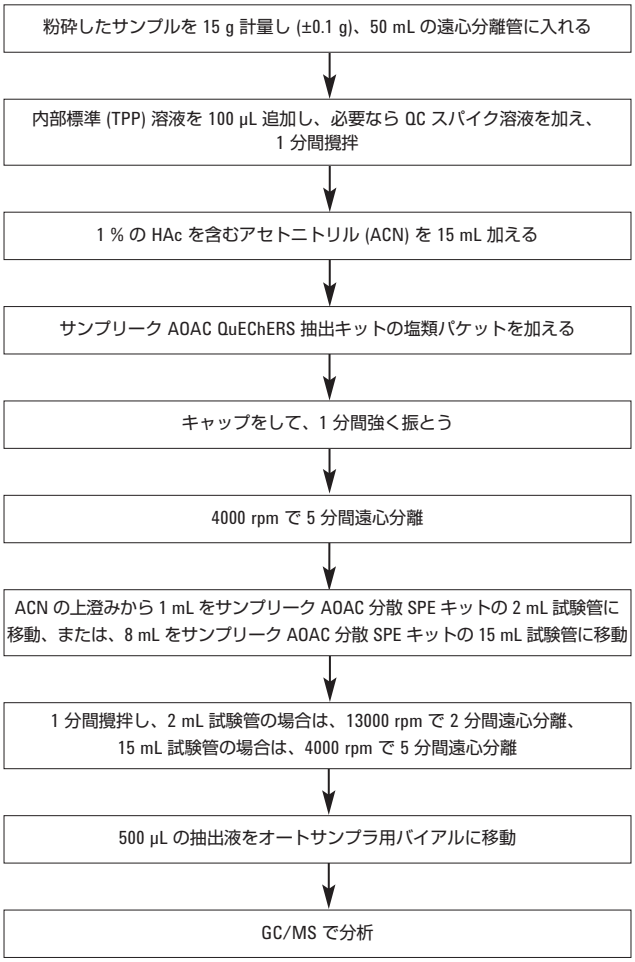


図 1. Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 抽出作業のフローチャート

結果と考察

サンプリーク QuEChERS キットを使用すると、作業全体が迅速かつ簡単になり、時間と労力の節約になると同時に、一貫性も保証されます。また、分析者 1 人が、40 ～ 50 のサンプルを 2、3 時間で処理することが可能です。他にも、水分の多い食品サンプルに塩類を直接付加すると発熱反応が起こり、特に揮発性農薬の場合、分析対象物の回収率に影響することがあります。Agilent サンプリーク抽出用塩類は、防湿パッケージを使用しています。そのため、本来の QuEChERS メソッドにあるように、サンプルに有機溶媒を付加した後で塩類を付加できます。

以前の研究では、LC/MS/MS 分析において、中極性から高極性までのさまざまな農薬について、サンプリーク QuEChERS AOAC キットはすぐれた回収率と精度を示しました。[4] 揮発性および半揮発性農薬にはさまざまなものがあり、これらの農薬の分析に対して GC/MS を使用した AOAC キットの性能を評価することは非常に重要です。GC/MS (SIM モード) の選択性は、LC/MS/MS (MRM モード) の場合ほど効果的ではありません。さらに、QuEChERS で処理した最終サンプルには、食品マトリックスの不純物が少なからず含まれています。 これは、ブランクのリンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラムで見ることができます。そのため、SIM メソッドをセットアップする際、モニターする各化合物のイオンを注意して選ぶことが重要です。一般には、最高の感度を実現するために、最も感度の高いイオンを選択しますが、いくつかのケースでは、選択性をあげるために、感度は劣ってもより特徴的なイオンを使用しました。図 2a が示すように、干渉物ピークがブランクのクロマトグラムに見られます。幸い、多くの農薬は共溶出干渉物の影響を受けません。σ-フェニルフェノールのリテンションタイムの非常に近くに干渉物の溶出がありますが、分離して定量することはできません。

ブランク内のこの干渉物のレスポンスは全体で、LOQ (10 ng/g) サンプルにおける σ-フェニルフェノールのピークのレスポンスの 20 % 未満です。そのため、この化合物の場合、選択性は条件を満たしているとみなせます。図 2 (a 、b) に、ブランクのリンゴ抽出液と 50 ng/g 添加したリンゴ抽出液のクロマトグラムを示します。

直線性と定量限界値 (LOQ)

すべての農薬に対して、検量線の直線性の範囲は 0 ～ 400 ng/g です。ただし、フォルペットの場合は、感度が低いため 50 ～ 400 ng/g です。異なる 2 種類の分散 SPE (1 mL と 8 mL) を使用して、評価と比較を行いました。そのため、それぞれのサイズに用意したマトリックスブランクサンプルから、2 つの検量線が作成されています。検量線は、10、20、50、100、250、および 400 ng/g のレベルで作られました。いずれの場合も、TPP は 100 ng/g で内部標準 (IS) として使用しています。検量線は、分析対象物の濃度比 (分析対象物の濃度/IS の濃度) に対し、分析対象物のレスポンス比 (分析対象物のピーク面積/IS のピーク面積) をプロットして作成しました。表 1 を見ると、各農薬に対する 10 ng/g の定量限界 LOQ (10 ppb) およびフォルペットに対する 50 ng/g の LOQ (50 ppb) が、果実や野菜に含まれる農薬に対する多くの MRL に比べて、十分に小さいことが分かります。検量線は、平均レスポンスファクタに回帰しています。1 mL と 8 mL の分散 SPE に対する直線性とレスポンスファクタ (RF) の相対標準偏差 (RSD) (%) を表 3 に示します。

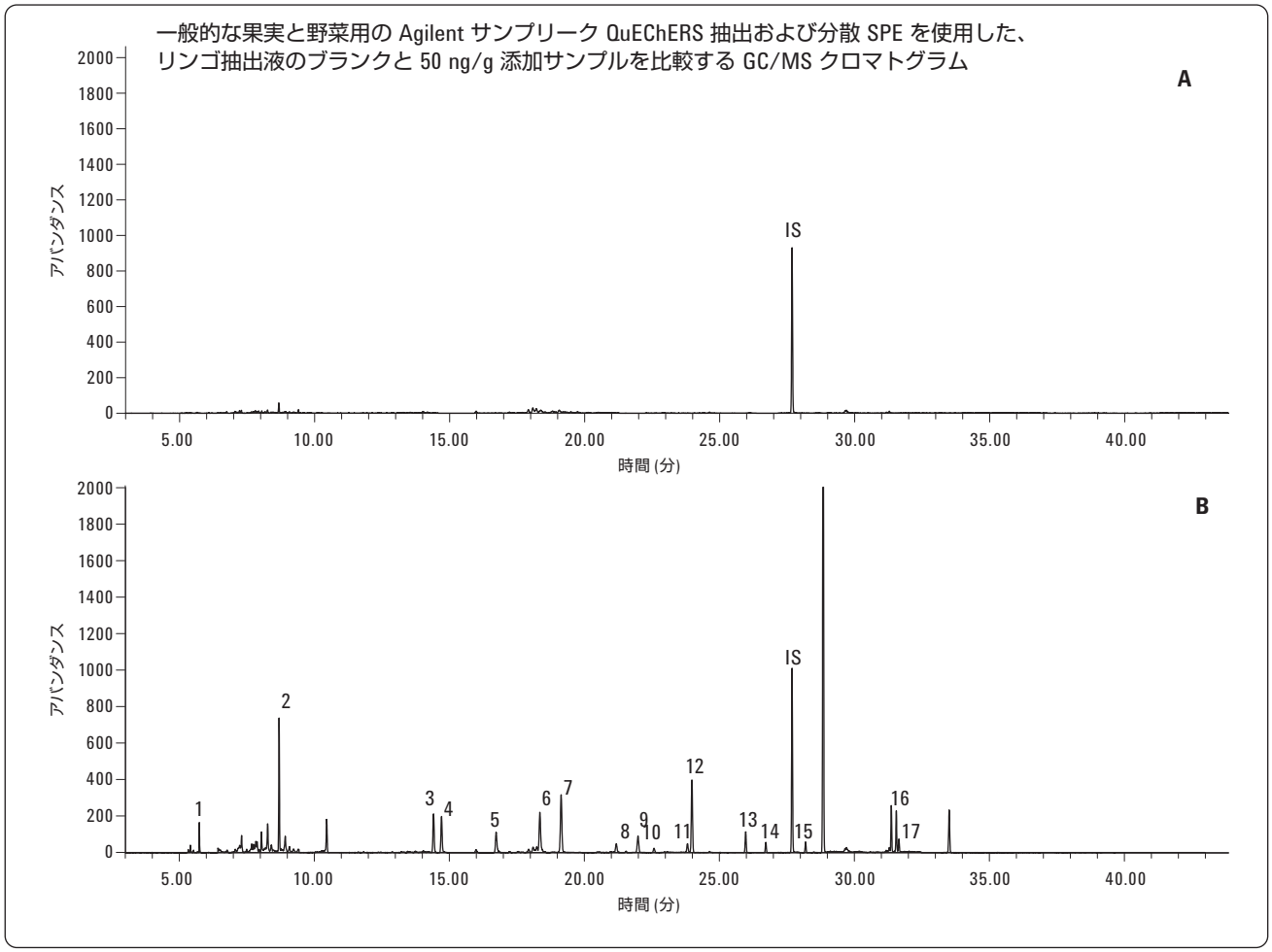


図 2. リンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラム。(A) リンゴ抽出液のブランク、(B) 50 ng/g 添加リンゴ抽出液。ピーク同定 :1. ジクロルボス、2. σ-フェニルフェノール、3. ダイアジノン、4. クロロタロニル、5. カルバリル、6. ジクロフルアニド、7. ジクロロベンゾフェノン、8. フォルペット、9. γ-クロルデン、10. エンドスルファン、11. ディルドリン、12. DDE、13. エチオン、14. 硫酸エンドスルファン、15. エンドリンケトン、16. ペルメスリン、17. クマホス。内部標準. リン酸トリフェニル (TPP)。

表 3.　リンゴ抽出液中の 17 種類の農薬の直線性

	1 mL の分散 SPE		8 mL の分散 SPE	
分析対象物	**直線範囲**	**RF 相対標準偏差 (%)**	**直線範囲**	**RF 相対標準偏差 (%)**
ジクロルボス	3.47e-001	11.4	3.87e-001	4.6
σ-フェニルフェノール	1.37e-000	10.7	1.50e-000	11.4
ダイアジノン	7.04e-001	10.9	7.39e-001	6.5
クロロタロニル	6.84e-001	13.7	8.02e-001	8.9
カルバリル	8.07e-001	14.1	1.01e-000	10.8
ジクロフルアニド	1.04e-000	12.8	1.08e-000	8.6
ジクロロベンゾフェノン	4.55e-001	11.4	4.60e-001	8.2
フォルペット	3.88e-002	19.5	4.52e-002	20.1
γ-クロルデン	3.23e-001	10.4	3.31e-001	9.2
エンドスルファン	8.56e-002	15.2	8.26e-002	8.8
ディルドリン	2.71e-001	6.2	2.59e-001	5.9
DDE	1.43e-000	8.4	1.39e-000	7.5
エチオン	5.87e-001	19.7	5.63e-001	17.0
硫酸エンドスルファン	2.72e-001	9.6	2.74e-001	9.5
エンドリンケトン	2.75e-001	10.1	2.75e-001	7.8
ペルメスリン	9.71e-001	9.4	9.29e-001	8.0
クマホス	2.70e-001	15.6	2.72e-001	15.7

回収率と再現性

回収率と再現性は、10、50 および 200 ng/g の3つのレベルの農薬標準試料を粉砕済みリンゴサンプルにスパイクする方法で評価しました。これらの QC サンプルは、マトリックススパイクの検量線に対して定量しました。添加レベルごとに分析を 6 回 (n=6) 実行しました。1 mL と 8 mL の分散 SPE サンプルに対する回収率と再現性 (% RSD) のデータを、それぞれ、表 4 と表 5 に示します。この結果から分かるように、すべての農薬で優れた回収率 (1 mL の場合、平均 90.8 %、8 mL の場合、平均 94.2 %) と精度 (1 mL の場合、RSD 平均 5.7 %、8 mL の場合、RSD 平均 4.3 %) が得られました。前述したように、干渉物の溶出は、σ-フェニルフェノールに非常に近いことが分かりました。干渉物の影響は LOQ の 20 % 未満なので、選択性は依然として条件を満たしています。ただし、干渉物ピークの影響により、低いレベルでのこの化合物の回収率が向上します。フォルペットは不安定な農薬であることが知られており、N-トリハロメチルチオ官能基が原因で起きる劣化と不安定性に関連する大きな課題が存在します。[3、10] フォルペットの定量を行いましたが、感度が悪く、LOQ は 50 ng/g であることが分かりました。ただし、50 ng/g 以上での回収率および再現性は、許容できる範囲でした (平均回収率 85.5 %、平均再現性 10 %)。

表 4.　Agilent サンプリーク 2 mL 分散 SPE 試験管 (部品番号 5982-5022) を使用した添加リンゴ抽出液中の農薬の回収率と再現性。
回収率 90.8 %、RSD 5.7 % (平均値)

	10 ng/g 添加された QC		50 ng/g 添加された QC		200 ng/g 添加された QC	
分析対象物	**回収率**	**RSD (n=6)**	**回収率**	**RSD (n=6)**	**回収率**	**RSD (n=6)**
ジクロルボス	86.8	7.0	83.9	11.6	81.5	5.5
σ-フェニルフェノール	113.4	6.3	96.3	6.5	100.5	3.6
ダイアジノン	98.6	2.3	87.3	2.8	90.4	4.9
クロロタロニル	86.1	10.0	84.4	5.3	93.2	7.6
カルバリル	96.1	9.0	93.8	8.3	99.1	8.2
ジクロフルアニド	90.0	7.0	84.6	2.9	94.6	5.0
ジクロロベンゾフェノン	97.8	7.6	95.0	6.2	102.2	4.3
フォルペット	–	–	74.4	9.1	95.7	11.0
γ-クロルデン	79.6	4.4	88.9	4.3	95.3	4.4
エンドスルファン	69.8	9.2	91.2	5.3	96.2	5.2
ディルドリン	90.6	10.9	86.6	3.2	92.8	4.8
DDE	84.0	4.8	89.4	3.8	95.4	4.5
エチオン	90.9	1.8	103.5	1.4	116.5	5.0
硫酸エンドスルファン	79.8	1.9	80.4	4.6	86.8	5.6
エンドリンケトン	85.2	12.0	80.7	3.6	91.8	4.5
ペルメスリン	87.9	2.8	93.8	2.0	94.0	4.4
クマホス	87.8	5.1	89.7	3.0	90.0	6.4

表 5. Agilent サンプリーク分散 SPE の 15 mL 試験管 (部品番号 5982-5058) を使用した添加リンゴ抽出液中の農薬の回収率と再現性。回収率 94.2 %、RSD 4.3 % (平均値)

分析対象物	10 ng/g 添加された QC 回収率	RSD (n=6)	50 ng/g 添加された QC 回収率	RSD (n=6)	200 ng/g 添加された QC 回収率	RSD (n=6)
ジクロルボス	103.4	4.2	85.6	8.1	97.2	7.2
σ-フェニルフェノール	125.8	8.7	99.2	4.4	105.4	5.0
ダイアジノン	96.0	4.5	82.3	2.1	88.4	6.3
クロロタロニル	96.5	3.0	82.8	5.2	97.7	4.5
カルバリル	97.7	3.9	91.4	4.4	101.9	5.0
ジクロフルアニド	91.7	5.1	83.7	1.0	93.7	5.1
ジクロロベンゾフェノン	98.8	9.3	96.2	4.7	105.3	4.3
フォルペット	–	–	88.4	4.0	72.5	6.0
γ-クロルデン	80.9	3.5	87.5	3.3	94.8	5.0
エンドスルファン	80.3	7.3	84.1	3.6	98.6	3.0
ディルドリン	81.2	3.4	93.1	2.0	98.7	3.9
DDE	86.1	1.8	92.4	3.4	98.9	3.9
エチオン	106.5	3.6	122.2	2.0	136.3	4.2
硫酸エンドスルファン	91.6	4.6	87.7	4.0	93.0	4.1
エンドリンケトン	76.2	3.3	82.4	3.9	91.8	4.1
ペルメスリン	97.9	1.6	104.7	1.1	106.6	4.2
クマホス	82.3	6.7	86.5	2.5	89.3	5.1

図 3 は、1 mL 分散 SPE と 8 mL 分散 SPE の回収率と精度を示しています。同じ抽出サンプルから 1 mL または 8 mL の ACN 抽出液を取り出し、2 種類の分散 SPE を用いてクリーンアップを行いました。比較を容易にするため、すべての農薬に対して、3 つの添加濃度の平均回収率と精度を使用しました。各分散 SPE クリーンアップの結果は、使用した量に依存しませんでした。どちらの方法も、サンプルクリーンアップの効率および結果についてはほぼ同等でした。

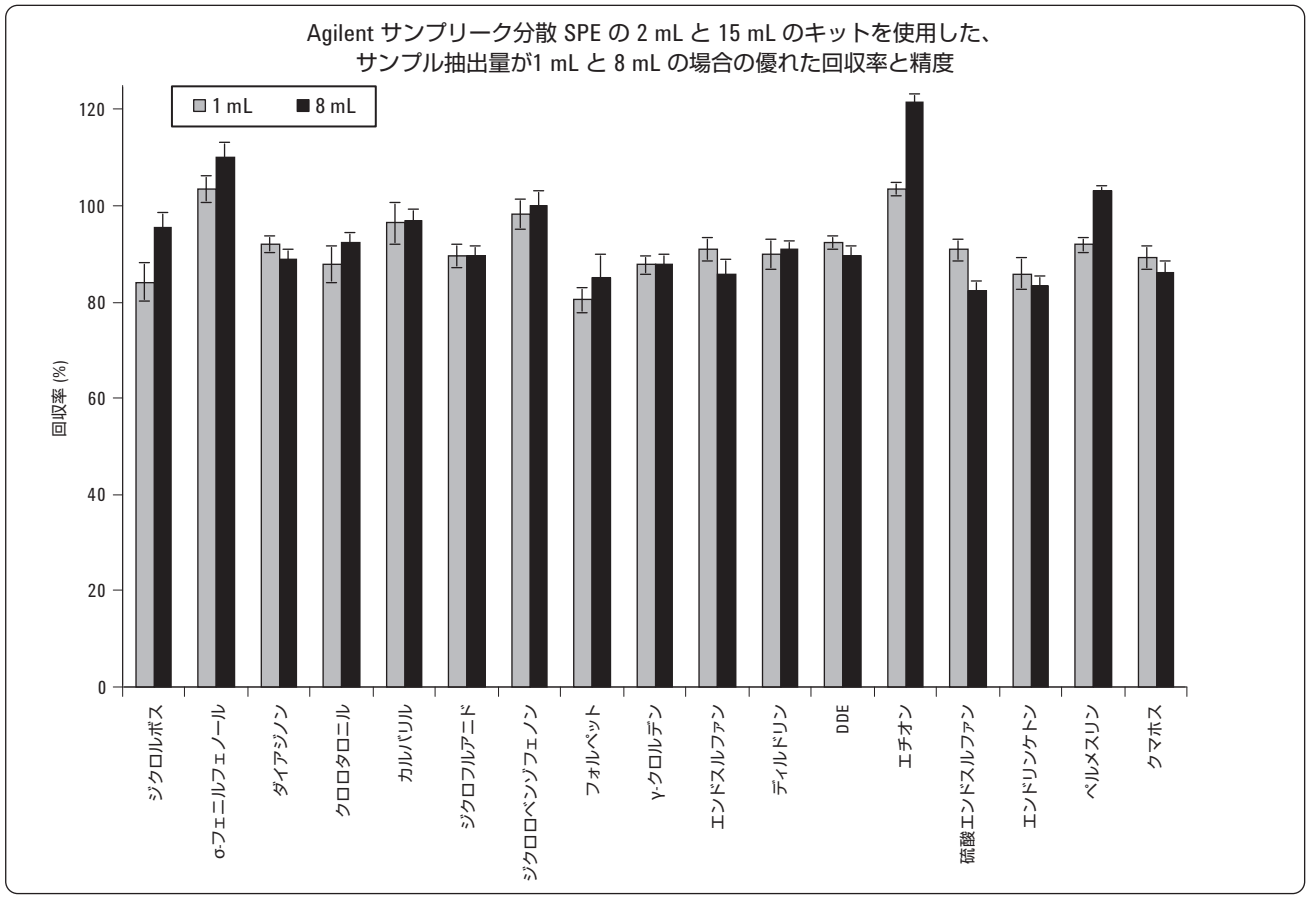


図 3.　Agilent サンプリーク分散 SPE の 2 mL と 15 mL のキットを使用した、サンプル抽出量が 1 mL と 8 mL の場合の回収率と精度

結論

一般的な果実と野菜用の Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC メソッドの抽出および分散 SPE キットは、リンゴの代表的な揮発性および半揮発性農薬の精製と濃縮において簡単で、迅速で、効果的なメソッドです。標準溶液のスパイクに基づく回収率と再現性は、リンゴのさまざまな残留農薬の決定に必要な条件を満たしています。リンゴの不純物とマトリックス効果は、対象化合物の定量に影響しません。農薬の LOQ は、リンゴの規定された MRL より低い結果が得られました。本実験では、さまざまな種類と特性を持つ代表的な農薬を選択しており、一般的な果実と野菜用の Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 抽出と分散 SPE キットは、同様の食物マトリックスに含まれる他の農薬に対しても優れた選択肢となります。

謝辞

GC/MS 機器に関する支援をしてくださった Meng, Chin K. 博士と多くの有益な提案をしてくださった Ball, Carol H. 博士に謝意を表します。

References

1. M. Anastassiades, S. J. Lehotay, Fast and Easy Multiresidue Method Employment Acetonitrile Extraction/Partitioning and "Dispersive Solid-Phase Extraction" for the Determination of Pesticide Residues in Produce, J. AOAC Int., 2003, 86, 412-431.
2. S. J. Lehotay, et al, "Use of Buffering and Other Means to Improve Results of Problematic Pesticides in a Fast and Easy Method for Residue Analysis of Fruits and Vegetables," J. AOAC Int., 2005, 88, 615-629.
3. S. J. Lehotay, et. al, "Determination of Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate," Collaborative Study, J. AOAC Int., 2007, 90, 485-520.
4. L. Zhao, D. Schultz, "Evaluation of the QuEChERS AOAC Sample Preparation Kit for the Analysis of Pesticide Residues in Apples with LC/MS/MS Detection," Agilent Technologies publication 5990-3937EN.
5. http://sitem.herts.ac.uk/aeru/footprint/en/index.htm
6. http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/search.html
7. http://www.mrldatabase.com/?selectvetdrug=0
8. http://www.ams.usda.gov/AMSv1.0/getfile?dDocName=PDP1995Summary
9. P. L. Wylie,「926 種類の農薬物質と外因性内分泌撹乱物質のスクリーニング-デコンボリューションレポート作成ソフトウェアと新農薬物質ライブラリによる GC/MS 分析」、資料番号 5989-5076JAJP.
10. B. Mercedes et.al. Residue determination of captan and folpet in vegetable samples by gas chromatography/negative chemical ionization-mass spectrometry. J. AOAC Int., 2006, 89, 1080-1087.

詳細情報

アジレントの製品およびサービスの詳細は、弊社ウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2009
Published in Japan
June 18, 2009
5990-4068JAJP

Agilent Technologies